SNI 07-1173-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji kimia kadar zirkonium dalam aluminium dan paduan aluminium

ICS 77.120.10

Badan Standardisasi Nasional

CARA UJI KIMIA KADAR ZIRKONIUM DALAM ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh, dan cara uji kimia kadar zirkonium dalam aluminium dan paduan aluminium.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 — 85, *Pengambilan Contoh Uji Logam-logam Bukan Besi dan Paduannya untuk Uji Komposisi Kimia.*

3. CARA UJI

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 — 85, *Pengambilan Contoh Uji Logam-logam Bukan Besi dan Paduannya untuk Uji Komposisi Kimia.*

3.1. Metoda Fotometri dengan Arsenazo III

Batas konsentrasi dari 0,01 sampai 0,3 %.

3.2. Metoda Fotometri dengan "Xylenol Orange"

3.3. Metode Gravimetri dengan Zirkonium Fosfat.

3.1.1. Metoda fotometri dengan arsenazo III

3.1.1.1. Prinsip

Zirkonium dalam larutan asam klorida bereaksi dengan arsenazo III membentuk senyawaan kompleks, diukur serapannya pada panjang gelombang ± 665 nm.

3.1.1.2. Pereaksi

1) Larutan aluminium (1 ml = 25 mg Al).
Larutkan 45 g aluminium klorida heksa hidrat ($AlCl_3 .6H_2O$) dalam 150 ml HCl (1+1).
Pindahkan ke dalam labu ukur 200 ml, encerkan dengan HCl (1+1) sampai tanda tera dan kocok.

2) Larutan pencuci amonium nitrat (NH_4NO_3) dalam 400 ml air dan encerkan sampai 500 ml.

3) Larutan arsenazo III (2,5 g/l).
Larutkan 0,250 g arsenazo III (2,21 – (1,8 hidroxy 3,6 disulfonaphtylene 2,7 – diazo dibensenearsonic acid) dalam 90 ml air yang mengandung 300 mg natrium karbonat (Na_2CO_3) dan panaskan.
Gunakan pH meter, dan atur pH 4,0 ± 0,1 dengan HCl (1+1), dan dinginkan. Pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air sampai tanda tera, dan kocok.
Larutan ini stabil sampai 6 bulan.

4) Larutan diamonium fosfat (120 g/l).
Larutkan 60 g diamonium fosfat ($(NH_4)_2HPO_4$) dalam 400 ml air dan encerkan menjadi 500 ml.

5) Larutan baku zirkonium A (1 ml = 0,100 mg Zr).
Timbang 0,100 g zirkonium (kemurnian min. 99,5 %) dan masukkan

ke dalam gelas kimia 250 ml.
Tambahkan 30 ml metanol (CH_3OH), 5 ml brom (Br_2). Bila reaksi telah selesai, panaskan. Tambah 20 ml HCl dan uapkan sampai terbentuk garam tetapi jangan sampai kering.
Tambah 75 ml HCl (1+3) dan panaskan sampai garam-garam larut sempurna. Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml encerkan dengan HCl (1+1) sampai tanda batas dan kocok.

6) Larutan baku zirkonium B (1 ml = 0,005 mg Zr).
Dengan menggunakan pipet, pindahkan 5 ml larutan zirkonium A kedalam labu ukur 100 ml. Tambah 2,5 ml HCl, dinginkan, encerkan dengan HCl (1+1) sampai tanda tera dan kocok.
Larutan ini stabil sampai 8 jam.

3.1.1.3. Peralatan

Fotometer.

3.1.1.4. Prosedur

3.1.1.4.1. Larutan uji

1). Timbang 0,200 g contoh, dengan ketelitian 0,5 mg dan masukkan ke dalam gelas kimia 250 ml.
2). Tambah 20 ml HCl (1+1), panaskan sampai melarut sempurna, dan uapkan hati-hati sampai garam-garamnya mengental.
3). Dinginkan.
4). Tambah 180 ml HCl (1+1) dan panaskan untuk melarutkan garam-garam.
5). Dinginkan.
6). Pindahkan kedalam labu ukur 200 ml, encerkan dengan HCl (1+1) sampai tanda tera dan kocok.
7). Dengan menggunakan pipet, pindahkan ke dalam labu ukur 50 ml, sebanyak 20 ml jika diperkirakan konsentrasi zirkonium kurang dari 10 %, 10 ml bila diperkirakan konsentrasi zirkonium diantara 0,10 dan 0,20, atau 5 ml bila diperkirakan konsentrasi zirkonium diantara 0,20 dan 0,30 %.
8) Tambahkan 2 ml larutan aluminium (1 ml = 25 mg (Al).

3.1.1.4.2. Larutan Pembanding

Pindahkan 2 ml larutan aluminium (1 ml = 25 mg Al) ke dalam labu ukur 50 ml yang berisi 10 ml HCl (1+1). Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan 3.1.1.4.3. Pengembangan Warna.

3.1.1.4.3. Dengan menggunakan pipet tambah 1 ml larutan arsenazo III, encerkan dengan HCl (1+1) sampai tanda tera, dan kocok.

3.1.1.4.4. Fotometri

Catat pembacaan fotometri dari larutan uji, larutan pembanding dan pengembangan warna.

3.1.1.5. Pembuatan kurva kalibrasi

3.1.1.5.1. Larutan kalibrasi

Dengan menggunakan pipet; pindahkan 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 ml larutan zirkonium B ke dalam enam labu ukur 50 ml yang berisi 10 ml HCl

(1+1). Tambah 2 ml larutan aluminium (1 ml = 25 mg Al).
Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan 3.1.1.4.3.

3.1.1.5.2. Larutan Pembanding

pengerjaan sesuai dengan 3.1.1.4.2.

3.1.1.5.3. Pengembangan Warna

Pengerjaan sesuai dengan 3.1.1.4.3.

3.1.1.5.4. Fotometri

Tentukan panjang gelombang yang menghasilkan serapan maksimum (catatan 1) pembacaan fotometri dari larutan kalibrasi yang mengandung 0,020 mg zirkonium di atas 600 sampai 700 nm. Diantara panjang gelombang 630 dan 670 nm, ubah dengan penambahan 5 nm. Dengan menggunakan larutan pembanding, atur fotometer pada penetapan permulaan setiap sebelum pembacaan (catatan 2).

3.1.1.5.5. Kurva kalibrasi

Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap kadar zirkonium dalam 50 ml larutan.

3.1.1.6. Perhitungan

Konversikan pembacaan fotometri dan larutan uji ke dalam mg zirkonium dengan menggunakan kurva kalibrasi.
Kadar zirkonium di dalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Zirkonium} = \frac{A}{(B \times 100)} \times 100\ \%$$

Di mana :

A = berat zirkonium dalam 50 ml larutan akhir.
B = berat contoh dalam 50 ml larutan akhir.

Catatan :

(1) Serapan maksimum dari kompleks zirkonium arsenazo III biasanya terjadi pada 665 nm.
(2) Prosedur ini berlaku untuk sel serapan 20 mm, sel dengan ukuran lain juga dapat dipergunakan dengan penyesuaian jumlah contoh dan pereaksi.

3.1.2. Metoda fotometri dengan tylenol orange

3.1.2.1. Prinsip

Contoh diuraikan dengan HCl dan larutan H_2O_2, kelebihan H_2O_2 dihilangkan, diambil aliquot dari larutan dan ditambah $HClO_4$ untuk mengatur keasaman.
Ditambah xylenol orange untuk mewarnai zirkonium dan diukur serapannya pada panjang gelombang ± 540 nm.

3.1.2.2. Pereaksi

1). Asam klorida, HCl (1+1).

2). Asam perklorat, 5N $HClO_4$.
Pada 278 ml HCl O_4 (60%) tambah air perlahan-lahan hingga volumenya menjadi 500 ml.

3). Larutan H_2O_2 (30%).

4). Aluminium (kemurnian min. 99,85 %) dan tidak mengandung zirkonium.

5). Xylenol orange (0,1% b/v).
Simpan larutan ini di dalam botol coklat dan pada tempat yang gelap.

6). Larutan baku zirkonium (100 µg Zr/ml).
Larutkan 0,3533 g zirkonium oksi klorida (Zr OCl_2 $8H_2O$) dalam 100 ml HCl, pindahkan kedalam labu ukur 100 ml, dan encerkan dengan air hingga tanda tera.
Kadar zirkonium didalam larutan ini ditentukan secara gravimetri.

3.1.2.3. Peralatan

Fotometri.

3.1.2.4. Prosedur.

1). Timbang 0,50 g contoh (catatan 1) dan masukkan ke dalam gelas kimia 200 ml, tutup dengan kaca arloji.

2). Tambahkan perlahan-lahan 25 ml HCl (1+1) dan 1 ml larutan H_2O_2.

3). Setelah reaksi berakhir panaskan supaya terurai sempurna, dan didihkan agar kelebihan H_2O_2 menguap.

4). Dinginkan.

5). Pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air sampai tanda tera, kocok.

6). Saring dengan kertas saring kering tipe sedang.

7). Ambil dengan teliti 5 ml aliquot dari filtratnya dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml.

8). Tambah 10 ml 5N $HC10_4$ (catatan 2) dan 5 ml larutan xylenol orange encerkan dengan air hingga tanda tera.

9). Diamkan selama 30 menit (catatan 3).

10). Ambil sebagian dari larutan, masukkan kedalam sel serapan fotometer (catatan 4).

11). Ambil larutan blanko (catatan 5) sebagai pembanding.

12). Ukur serapan pada panjang gelombang ± 540 nm.

3.1.2.5. Pembuatan kurva kalibrasi

1) Timbang 0,500 g (catatan 1) aluminium dan masukkan ke dalam gelas kimia 200 ml, tutup dengan kaca arloji.

2) Tambah perlahan-lahan 25 ml HCl (1+1) dan 1 ml larutan H_2O_2.

3) Setelah reaksi berakhir, panaskan supaya terurai sempurna, dan didihkan agar kelebihan H_2O_2 menguap.

4) Dinginkan.

5) Pindahkan kedalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air sampai tanda tera, kocok.

6) Ambil masing-masing 5 ml aliquot dari filtratnya kemudian masukkan ke dalam beberapa labu ukur 50 ml.

7) Tambah 0 sampai 1,2 ml larutan baku zirkonium (setara dengan 0 sampai 120 μ g zirkonium).

8) Tambah 10 ml 5N $HClO_4$ dan 5 ml larutan XO, encerkan dengan air hingga tanda tera.

9) Diamkan selama 30 menit.

10) Ambil sebagian dari larutan, masukkan ke dalam sel serapan fotometer.

11) Ukur serapan pada panjang gelombang ± 540 nm.

12) Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap kadar zirkonium pada larutan baku.

Catatan :

(1) Ambil dengan menghitung pengaruh yang disebabkan oleh jumlah aluminium timbanglah seteliti mungkin.

(2) Pada saat pewarnaan, konsentrasi dari $HClO_4$ harus 1 N.

(3) Pengukuran bisa dilaksanakan antara 30 menit hingga 2 jam setelah pewarnaan.

(4) Prosedur ini berlaku untuk sel serapan 10 mm, sel dengan ukuran lain juga dapat dipergunakan dengan penyesuaian jumlah contoh dan pereaksi.

(5) Timbang 0,500 g aluminium kemudian kerjakan seperti halnya pengerjaan contoh.

3.1.2.6. Perhitungan

Banyaknya zirkonium didapat dari kurva kalibrasi yang dibuat pada 3.1.2.5. dan kadar zirkonium dalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar Zirkonium} = \frac{A}{W \times \frac{1}{20}} \times 100\ \%$$

Di mana :

A = berat zirkonium yang diperoleh dalam larutan contoh (g).
W = berat contoh yang ditimbang (g).

3.1.3. Metoda gravimetri dengan zirkonium fosfat.

3.1.3.1. Prinsip

Contoh dilarutkan dengan larutan NaOH dan diendapkan dengan penambahan air hangat.
Zirkonium dipisahkan dengan penyaringan.
Endapan dilarutkan dengan HNO_3 dan H_2SO_4, panaskan hingga timbul asap putih dari asam sulfat, dinginkan dan larutkan garam-garam dengan penambahan air.
Dioksidasikan dengan H_2O_2 dan diendapkan dengan larutan diamonium fosfat. Endapan disaring dikeringkan dan dibakar sebagai zirkonium pirofosfat dan ditimbang.

3.1.3.2. Pereaksi

1) Asam nitrat HNO_3.
2) Asam fluorida, HF.
3) Asam sulfat H_2SO_4.
4) Asam sulfat H_2SO_4 (1+1).
5) Larutan natrium hidroksida, NaOH.

   Larutkan 200 g NaOH dalam 1 liter air, simpan larutan ini di dalam botol polietilen dan gunakan larutan bagian atas yang jernih (supernatannya).
6) Larutan H_2O_2 (1+9).
7) Larutan NH_4NO_3 (5 % b/v).
8) Larutan diamonium fosfat (20 % b/v).

3.1.3.3. Prosedur

1). Timbang 3,0 g contoh dan masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tutup dengan kaca arloji.

2). Tambah secara bertahap 40 ml larutan NaOH.

3). Setelah reaksi berakhir, panaskan larutan supaya terjadi pelarutan yang sempurna.

4). Panaskan dengan menambah air hangat kira-kira 150 ml kemudian didihkan selama 1–2 menit.

5). Saring endapan dengan menggunakan kertas saring tipe sedang dan endapan pada kertas saring dicuci dengan air panas masing-masing 2 kali.

6). Masukkan kertas saring bersama endapan kedalam gelas kimia semula, tambah 20 ml HNO_3 dan 10 ml H_2SO_4, tutup dengan kaca arloji.

7). Panaskan pelan-pelan supaya terurai teruskan pemanasan hingga terbentuk asap putih dari asam sulfat.

8). Jika ada senyawa organik yang tidak terurai dengan sempurna, akan tampak warna coklat atau hitam, setelah larutan didinginkan, tambah 5 ml HNO_3 dan ulangi pemanasan hingga larutan tinggal 7 atau 8 ml dan biarkan terbentuk asap putih dari asam sulfat secukupnya.

9). Setelah dingin, cuci kaca arloji dan bagian dalam gelas kimia dengan air, dan tambahkan air kedalam gelas kimia hingga larutan menjadi ± 50 ml.

10). Panaskan untuk melarutkan garam-garam.
Jika terbentuk endapan dari SiO_2 dan sejenisnya, saring dengan kertas saring tipe sedang dan cuci dengan air hangat secukupnya.

11). Tambah 50 ml H_2SO_4 (1+1) dan 1 ml larutan H_2O_2 (1+9) ke dalam larutan, dan tambah lagi 15 ml larutan diamonium fosfat sambil diaduk-aduk.

12). Diamkan agar terbentuk endapan zirkonium, encerkan dengan air hangat hingga larutan menjadi kira-kira 200 ml.

13). Simpan selama 5–6 jam ditempat yang hangat untuk mematangkan pengendapan.

14). Saring endapan dengan kertas saring tipe sedang yang sudah dibubuhi dengan sedikit bubur kertas dan cuci secukupnya dengan larutan amonium nitrat.

15). Pindahkan endapan dan kertas saring ke dalam cawan porselen (tipe No.1 B, 20 ml) keringkan dan kemudian dibakar, pertama pada suhu rendah kemudian naikkan suhu secara bertahap hingga mencapai suhu 1000 °C, bakar selama 30 menit agar didapat berat yang tetap.

16). Dinginkan dalam desikator dan timbang beratnya.

3.1.3.4. Perhitungan

Kadar zirkonium didalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar Zirkonium} = \frac{w \times 0{,}3440}{W} \times 100\ \%$$

Di mana :

W = berat endapan zirkonium (g).
W = berat contoh yang ditimbang (g).